

Deodorisation of Pongamia oil for use in cosmetics

Patent Number: FR2762008
Publication date: 1998-10-16
Inventor(s): TEYSSEYRE VALERIE; TREBOSC MARIE THERESE; FABRE BERNARD
Applicant(s): FABRE PIERRE DERMO COSMETIQUE (FR)
Requested Patent: ☐ FR2762008
Application Number: FR19970004602 19970415
Priority Number(s): FR19970004602 19970415
IPC Classification: C11B3/00; A61K7/48
EC Classification: C11B3/14, A61K8/02F, A61K8/92C, A61Q1/14, A61Q19/00, A61Q19/08
Equivalents:

Abstract

Process for deodorisation of Pongamia oil (i.e. the oil extracted by pressing or solvent extraction from the seeds of Pongamia glabra as a brown or orange opaque liquid with a strong disagreeable odour) comprises subjecting the oil to steam treatment under an applied vacuum for a time sufficient to achieve the desired deodorisation. Preferably the steam input is equivalent to 0.5-3 wt. % of the oil to be deodourised per hour of the treatment. The treatment conditions are e.g a temperature of 150-200 deg C, a vacuum of 2-5 mm Hg and a treatment time of 1-10 h. Preferably the oil is held under a flux of nitrogen during the heating up and cooling down periods. The deodourised oil preferably has a peroxide index of about 0.5-1.5 meq O₂/kg and an oleic acidity of about 1-5 % (w/w). The oil preferably has a fatty acid cut of approximately (by wt.) 10 % palmitic acid, 7 % stearic acid, 52 % oleic acid, 20 % linoleic acid, 5 % linolenic acid, 1.5 % arachidic acid and 4.5 % behenic acid. The oil preferably contains a non-saponifiable fraction of about 2.5 %.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

THIS PAGE BLANK (USPTO)

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication :

2 762 008

(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national :

97 04602

⑤1 Int Cl⁶ : C 11 B 3/00, A 61 K 7/48

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 15.04.97.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 16.10.98 Bulletin 98/42.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : PIERRE FABRE DERMO COSMETI-
QUE SOCIÉTÉ ANONYME — FR.

⑦2 Inventeur(s) : FABRE BERNARD, TEYSSEYRE
VALERIE et TREBOSC MARIE THERESE.

⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : REGIMBEAU.

⑤4 HUILE DE PONGAMIA DESODORISEE, SON OBTENTION ET SON APPLICATION EN COSMETOLOGIE.

⑤7 La présente invention concerne un procédé de désodoration d'huile de Pongamia ainsi que son utilisation en tant qu'agent cosmétique.

Selon l'invention, l'huile de Pongamia est soumise à un traitement à la vapeur sous un vide poussé et pendant une durée suffisante pour assurer la désodoration souhaitée.

FR 2 762 008 - A1



Huile de Pongamia désodorisée, son obtention
et son application en cosmétologie

- 5 La présente invention concerne un procédé de désodorisation d'huile de Pongamia ainsi que son utilisation en tant qu'agent cosmétique.

On rappellera que le Pongamia glabra, Vent. appartient à la famille botanique des Fabaceae et porte différentes appellations selon ses
10 découvreurs, P. pinnata (Linn) Pierre, P. grandifolia, Zoll et Mer, Robinia mitis, Lin., Galedupa indica Lamk.

C'est un arbre ou une liane robuste de 20 à 30 mètres. Ses feuilles sont imparipennées, longues de 15 à 20 cm et composées de 2 à 5 paires de
15 folioles. Les feuilles sont opposées.

Les fleurs sont regroupées en grappe axillaires situées vers le milieu du pédicule. Le fruit est une gousse ligneuse, longue de 35 à 50 mm, large de 20 à 30 mm. La fleur est plane, coriace, terminée par une pointe courte,
20 oblique et indéhiscente.

La graine unique, compressée, de la forme d'une petite fève réticulée de lignes saillantes.

25 Le Pongamia est une plante plus ou moins commune dans toute l'Indonésie et que l'on trouve dans les zones humides sur le littoral ou au bord des eaux. On la trouve ainsi dans toute l'Inde, la Malaisie, le Japon, Ceylan, le sud de la Chine.

30 La plante est utilisée pour plusieurs de ses parties : les graines, les écorces, les feuilles et les racines.

Les racines sont utilisées pour laver les ulcères, les dents ; en pâte, elles sont utilisées comme antiseptique local.
35

Les feuilles sont digestives et laxatives et, par voie externe, elles sont utilisées pour nettoyer les ulcères et les blessures et pour soulager les

rhumatismes. Les écorces sont anthelmintiques et utilisées en voie externe en dermatologie et contre les ulcères. Les graines, enfin, sont utilisées pour l'huile qu'elles contiennent.

- 5 L'huile de Pongamia est utilisée par voie interne ou externe.

Par voie interne, elle est administrée comme cholagogue, stomachique, mais son utilisation la plus importante est la voie locale.

- 10 L'huile est utilisée en Inde pour un grand nombre de problèmes cutanés - dans les cas de galle comme antiparasitaire, comme antiseptique dans les cas de blessures, de pityriasis versicolor et les éruptions herpétiques-. Elle est également utilisée pour lutter contre les eczémas, les rhumatismes et le psoriasis.

15

L'huile de Pongamia est obtenue à partir des graines, par pression ou par extraction par solvant. Les huiles obtenues possèdent les mêmes caractéristiques physicochimiques. L'huile se présente sous la forme d'un liquide opaque, de couleur brune à orange et d'odeur forte, vireuse,

20

Les acides gras composant l'huile de Pongamia sont :

	l'acide palmitique	9 à 15 %
25	l'acide stéarique	3 à 8 %
	l'acide oléique	45 à 55 %
	l'acide linoléique	17 à 23 %
	l'acide linolénique	3 à 8 %
	l'acide arachidique	1 à 3 %
30	l'acide béhénique	3 à 5 %

Certains auteurs signalent la présence d'acide éicosénoïque et d'acide lignocérique.

- 35 Les acides gras existent sous forme triglycérides dans l'huile. La partie insaponifiable est présente dans une proportion de 2,5 à 4 % en moyenne.

A côté des stérols, comme le β -sitostérol, composant classique, l'insaponifiable de l'huile de Pongamia contient des substances originales. La plus abondante est la Karanjiine, un furanoflavanoïde dont la présence est rapportée en premier en 1925. Cette molécule est également présente
5 dans les racines de Pongamia.

C'est un 3-méthoxy furane (2", 3", 7", 8")-flavone. Autour du noyau furanoflavonoïde, différentes substances minoritaires ont été décrites variant selon les radicaux portés = le Karanjone, Pongapine,
10 Pongaglabrone.

La deuxième molécule en abondance dans cet insaponifiable, est une furane dicétone -Pongamol qui est le 4-méthoxy-5-(co benzoyl acétyl) coumarone.
15

Enfin, la troisième famille chimique représentée dans cet insaponifiable est le chromenoflavone avec le Karanja chromène défini comme le 3'-4'-méthylènedioxy furane (2" - 3" - 7" - 8") flavone.

20 D'après de nombreux scientifiques, les activités particulières de l'huile de Pongamia seraient dues à l'insaponifiable et à ses molécule originales.

L'huile de Pongamia est obtenue soit par pression, soit par extraction à l'aide de solvant organique. Dans les deux cas, cette huile présente des
25 caractères organoleptiques et, en particulier, odorants ce qui contrarie une utilisation cosmétique.

Ces caractères sont dus à des molécules de structures inconnues, présentes dans l'huile. Un raffinage classique permet de purifier l'huile de ces
30 molécules indésirables. L'huile est alors utilisable en cosmétologie. Mais le raffinage purifie également les substances particulières furanoflavonoïdes, furanodicétone et les chroménoflavones. L'huile perd alors ses activités particulières.

35 La présente invention a pour but de mettre au point un procédé de désodorisation de l'huile de Pongamia qui, tout en assurant une parfaite

désodorisation de l'huile, n'occasionne aucune perte de fractions insaponifiables responsables de ces activités. Une telle huile devient alors utilisable en cosmétologie.

- 5 Conformément à la présente invention, l'huile de Pongamia est soumise à un traitement à la vapeur, sous vide poussé, par exemple avec une pression de vapeur comprise entre 0,5 et 3 % en poids de l'huile à désodoriser et par heure de traitement, à une température comprise entre 150 et 200°C, pendant une durée de 1 à 10 heures.

10

Selon une autre caractéristique, le vide est de 2 à 5 mm de mercure.

- 15 Selon une autre caractéristique, pendant les phases de montée et de descente en température, l'huile est maintenue sous un flux d'azote de façon à éviter une peroxydation excessive de l'huile. De préférence, ladite huile est obtenue par pression ou par extraction à l'aide d'un solvant organique des graines. L'extraction est faite uniquement à partir de graines de Pongamia glabra.

- 20 La présente invention s'étend également à l'huile de Pongamia désodorisée résultant de la mise en oeuvre du procédé précédemment décrit.

- 25 Selon une caractéristique particulière de l'invention, l'huile de Pongamia présente un indice de peroxyde d'environ 0,5 à 1,5 meq O₂/kg et une acidité oléique d'environ 1 à 5 % (m/m).

Selon une autre caractéristique, l'invention présente une coupe en acides gras suivante :

30

% en poids

	acide palmitique	env. 10
	acide stéarique	env. 7
	acide oléique	env. 52
	acide linoléique	env. 20
35	acide linolénique	env. 5
	acide arachidique	env. 1,5
	acide béhénique	env. 4,5

pour une fraction insaponifiable d'environ 2,5 % en poids.

5 L'huile de Pongamia désodorisée selon l'invention trouve donc son application en tant qu'agent cosmétique, en particulier, pour ses propriétés assainissantes et de régénération cellulaire de son insaponifiable et ses activités nutritives, protectrices et hydratantes dues à sa composition en acides gras.

10 La présente invention sera mieux comprise à la lecture de l'exemple de mise en oeuvre du procédé de désodorisation ci-après, fourni à simple titre d'illustration :

15 10 kg d'huile de Pongamia obtenue par pressage est désodorisée. Pour ce faire, elle est traitée durant 5 heures à 180°C à 3 mm de Mercure. la pression de vapeur exercée est de 1,5 % en poids, soit 150 g/heure. le rendement de récupération de l'huile après traitement est de 94,5 %.

20 L'indice de peroxyde est de 0,5 à 1,5 meq O₂/kg et l'acidité oléique est de 1 à 5 % (m/m). La coupe en acides gras déterminée par chromatographie phase gazeuse après méthylation est la suivante :

	acide palmitique C ₁₆ = 0	10,5 %
	acide stéarique C ₁₈ = 0	6,18 %
	acide oléique C ₁₈ = 1	52 %
25	acide linoléique C ₁₈ = 2	19,6 %
	acide linolénique C ₁₈ = 3	4,2 %
	acide arachidique C ₂₀ = 0	1,3 %
	acide béhénique C ₂₂ = 0	4,5 %

30 La teneur en insaponifiable est de 2,5 %. L'analyse est effectuée sur une couche mince de silice dans une phase mobile composée de heptane et d'acétone (4-1). Le Pongamol est identifié ainsi que la Karanjiine.

La composition en acide gras de l'huile de Pongamia ainsi traitée est intéressante car elle est riche en acides gras essentiels de 70 à 80 %. Parmi ces acides gras, l'acide oléique est majoritaire. Or, c'est le moins oxydable puisqu'il ne comporte qu'une seule double liaison. L'oxydation des acides gras mène à l'apparition de peroxydes et de radicaux libres préjudiciables pour la peau. Il est donc intéressant d'avoir un bon équilibre en acides gras essentiels et acides gras non oxydables, ce qui est le cas pour l'huile de Pongamia.

Les acides gras présents dans cette huile sont à longues chaînes : majoritairement, 18 atomes de carbone, ce qui est classique. on trouve également des acides gras à très longues chaînes 20, 22 et même 24 atomes de carbone selon certains auteurs. Cette caractéristique va apporter à cette huile un très bon effet couvrant, protecteur.

Enfin, l'insaponifiable avec ses molécules particulières présente des activités assainissantes et de régénération cellulaire.

Exemples de formulations :

Exemple 1 : CREME DE JOUR HYDRATANTE - BASE DE MAQUILLAGE

	Huile de Pongamia désodorisée	0,5 à 10 %
25	Peptides d'argan	0,03 à 2 %
	Acide pyrrolidone carboxylique	0,2 à 0,5 %
	Hydrolysate de collagène marin	1 à 3 %
	Huile de ricin hydrogénée, éthoxylée	1 à 5 %
	Huile de paraffine fluide	1 à 5 %
30	Huile cyclopentasiloxane	5 à 12 %
	Squalane	1 à 5 %
	Polymère carboxyvinyle	0,1 à 0,5 %
	Triéthanolamine	0,2 à 0,5 %
	Glycérine	2 à 4 %
35	Conservateur	QS
	Parfum	QS
	Eau purifiée	QSP 100 g

Exemple 2 : LAIT DEMAQUILLANT POUR PEAUX SECHES

5	Huile de Pongamia désodorisée		0,5 à 10 %
	Peptides d'argan		0,02 à 1 %
	Monopalmitate de sorbitan		0,5 à 2 %
	Monopalmitate de sorbitan polyéthoxylé		3 à 6 %
	Polysorbate 20		1 à 3 %
10	Paraffine liquide		8 à 15 %
	Triglycérides caprique/caprilique		1 à 2 %
	Butanodiol 1.3.		2 à 4 %
	Polymère carboxyvinylique		0,2 à 0,5 %
	Triéthanolamine	QS	
15	Conservateur	QS	
	Parfum	QS	
	Eau purifiée	QSP	100 g

Exemple 3 : CREME NUTRITIVE POUR PEAUX TRES SECHES

20	Huile de Pongamia désodorisée		0,5 à 10 %
	Peptides d'argan		0,05 à 2 %
	Dérivé polysaccharidique		0,1 à 4 %
	Acide stéarique		1 à 3 %
	Stéarate de polyoxyéthylène glycol		2 à 6 %
25	Cire végétale		1 à 3 %
	Blanc de baleine synthétique		1 à 2 %
	Huile de jojoba		2 à 8 %
	Glycérine		2 à 5 %
	Conservateur, parfum	QS	
30	Eau purifiée	QSP	100 g

35

Exemple 4 : CONCENTRE ANTI-RIDES

	Huile de Pongamia désodorisée	0.1 0 10 %
	Peptides d'argan	0,01 à 0,05 %
5	Palmitate vitamine A	0,1 à 1 %
	Ester glycérique de vitamine F	0,1 à 1 %
	Huile de carthame QSP	100 g
	ou :	
10	Huile de Pongamia désodorisée	0,1 à 10 %
	Peptides d'argan	0,01 à 0,05 %
	Insaponifiable d'argan	0,01 à 0,5 %
	Palmitate de vitamine A	0,1 à 1 %
15	Huile de purcellin QSP	100 g

Exemple 5 : MASQUE ANTI-RIDES

20	Huile de Pongamia désodorisée	0,5 à 10 %
	Peptides d'argan	0,01 % à 2 %
	Protéines végétales	1 à 5 %
	Acide hyaluronique (sel Na)	0,01 à 0,2 %
	Stéarate de sucrose	1 à 3 %
25	Distearate de sucrose	2 à 5 %
	Triglycérides caprique et caprylique	2 à 8 %
	Paraffine liquide	5 à 12 %
	Polyoxyéthylène glycol 600	2 à 10 %
	Polymère carboxyvinylique	0,2 à 1 %
30	Triéthanolamine	0,5 à 1 %
	Parfum QSP	
	Conservateurs QSP	
	Eau purifiée QSP	100 g
35		

Exemple 6 : LAIT CORPOREL

	Huile de Pongamia désodorisée		0,5 à 15 %
	Ester de sorbitan		1 à 2 %
5	Ester de sorbitan éthoxylé		1 à 3 %
	Huile de vaseline		4 à 6 %
	Ester gras		1 à 5 %
	Polymère carboxyvinyle		0,2 à 0,5 %
	Glycérine		3 à 10 %
10	Acétate de vitamine E		0,2 à 1 %
	Conservateur	OS	
	Colorant	OS	
	Parfum	OS	
15	Eau purifiée	QSP	100 g

REVENDEICATIONS

- 1.- Procédé de désodorisation d'huile de Pongamia, caractérisé en ce que l'huile est soumise à un traitement à la vapeur, sous un vide poussé et pendant une durée suffisante pour assurer la désodorisation souhaitée.
- 2.- Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la pression de vapeur exercée est comprise entre 0,5 et 3 % en poids de l'huile à désodoriser, par heure de traitement.
- 3.- Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que le vide est de 2 à 5 mm de mercure.
- 4.- Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la température de traitement est comprise entre 150 et 200°C.
- 5.- Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que la durée du traitement est comprise entre 1 et 10 heures.
- 6.- Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que pendant les phases de montée et de descente en température, l'huile est maintenue sous un flux d'azote.
- 7.- Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que ladite huile est obtenue par pression ou par extraction à l'aide d'un solvant organique des graines de Pongamia glabra.
- 8.- Huile de Pongamia désodorisée, caractérisée en ce qu'elle résulte de la mise en oeuvre du procédé selon l'une des revendications 1 à 7.
- 9.- Huile de Pongamia selon la revendication 8, caractérisée en ce qu'elle présente un indice de peroxyde d'environ 0,5 à 1,5 meq O₂/kg et une acidité oléique d'environ 1 à 5 % (m/m).

11

- 10.- Huile de Pongamia selon l'une des revendications 8 et 9, caractérisée en ce qu'elle présente la coupe en acides gras suivante :

		<u>% en poids</u>
5	acide palmitique	env. 10
	acide stéarique	env. 7
	acide oléique	env. 52
	acide linoléique	env. 20
	acide linoléique	env. 5
10	acide arachidique	env. 1,5
	acide béhénique	env. 4,5

- 11.- Huile de Pongamia selon l'une des revendications 8 à 10, caractérisée en ce qu'elle présente une fraction insaponifiable d'environ 2,5 % en poids.
- 12.- Utilisation de l'huile de Pongamia selon l'une des revendications 8 à 11 en tant qu'agent cosmétique.
- 13.- Utilisation selon la revendication 12, en tant qu'agent cosmétique doté de propriétés assainissantes et de régénération cellulaire, nutritives, protectrices et hydratantes.

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE
PRELIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 542039
FR 9704602

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
X	A. CHAKRABORTY ET AL.: "Edible quality karanja oil by mixed solvent refining procedure" JOURNAL OF THE OIL TECHNOLOGISTS ASSOCIATION OF INDIA, vol. 20, no. 2, 1988, INDIA, pages 29-30, XP002050174 * page 30, colonne 1, alinéa 2 *	1,3-5,8
X	K.R. BALA ET AL.: "Carbonyl compounds as possible cause of odour in vegetable oils" CURRENT SCIENCE, vol. 35, no. 15, 1968, INDIA, pages 421-422, XP002050175 * page 421, colonne 1, ligne 1 - ligne 5 * * page 422, colonne 1, alinéa 3 - colonne 2, alinéa 1 *	1,8
A	GB 2 252 906 A (MIDLAND BIOCIDES LIMITED ; MICROBIAL SYSTEMS INTERNATIONAL (GB)) * page 3, alinéa 1 * * page 4, dernier alinéa * * revendications 1,4,16-18 *	1,8,12
A	WO 94 07373 A (AARHUS OLIEFABRIK AS ; PEDERSEN ARNE (DK); JOHANNSEN FRANK (DK)) * page 8, ligne 1 - ligne 5 * * revendications 1,7,8 *	1,8,12
A	US 5 439 672 A (ZABOTTO ARLETTE ET AL) * colonne 3, ligne 44 - colonne 4, ligne 4 *	1,8,12
A	FR 2 720 643 A (CLARINS) * page 3, ligne 29 - page 4, ligne 2 * * page 5, ligne 1 - ligne 33 * * revendications 1,8 *	1,8,12
-/-		
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
15 décembre 1997		Dekeirel, M
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou à l'état de la technique générale O : divulgation non-écrite P : document intermédiaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>		

1

EPO FORM 1503 (02.82) (P4/C13)

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
A	GB 2 237 805 A (UNILEVER PLC) * page 1, ligne 34 - ligne 37 * * revendications 1-4 * -----	1
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
15 décembre 1997		Dekeirel, M
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>		

EPO FORM 1503 02.92 (P04C13)